

PAT-NO: JP361017405A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61017405 A  
TITLE: PRODUCTION OF CUBIC BORON NITRIDE  
PUBN-DATE: January 25, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

MAKI, MASAKAZU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

SHOWA DENKO KK

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP59135284

APPL-DATE: July 2, 1984

INT-CL (IPC): C01B021/064, B01J027/24

US-CL-CURRENT:

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a tough particle of cubic boron nitride having sharp edges from hexagonal boron nitride under high temperature and pressure, by using a catalyst containing  $\text{LiMBN}_{2\text{SB}}$  (M is alkaline earth metal) and  $\text{Li}_{8\text{SB}}\text{SiN}_{4\text{SB}}$ .

CONSTITUTION: Cubic boron nitride is produced from hexagonal boron nitride under high temperature and pressure using a catalyst containing 5~50pts.wt. (based on 100pts.wt. of the hexagonal boron nitride) of  $\text{LiMBN}_{2\text{SB}}$  (M is alkaline earth metal) and 0.05~5pts.wt. of  $\text{Li}_{8\text{SB}}\text{SiN}_{4\text{SB}}$ . A trace of Si is included in the growing cubic boron nitride, and is emerged to a

specific plane. Accordingly, the (111) plane of the crystal is developed to effect the sharpening of the crystal particle. Furthermore, since the Si and cubic boron nitride form a solid solution to enlarge the lattice constant, a tough particle of cubic boron nitride can be prepared. The grinding ratio can be improved and the electric power can be saved by using made of the obtained boron nitride.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-17405

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和61年(1986)1月25日

C 01 B 21/064  
B 01 J 27/24

7508-4G  
7059-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑬ 発明の名称 立方晶窒化ホウ素の製造法

⑭ 特 願 昭59-135284

⑮ 出 願 昭59(1984)7月2日

⑯ 発 明 者 牧 昌 和 塩尻市広丘高出1951-6

⑰ 出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号

⑱ 代 理 人 弁理士 菊地 精一

明 細 書

1. 発明の名称

立方晶窒化ホウ素の製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 六方晶窒化ホウ素から高温、高压下で立方晶窒化ホウ素を製造する方法において、触媒として  $\text{LiMBN}_2$  (但しMはアルカリ土類金属) と  $\text{Li}_8\text{SiN}_4$  を用いることを特徴とする方法。

(2) 六方晶窒化ホウ素100重量部に対し、 $\text{LiMBN}_2$  5~50重量部、 $\text{Li}_8\text{SiN}_4$  0.01~5.0重量部を用いる特許請求の範囲第一項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

(技術分野) 本発明は研削材、切削材等に用いられる立方晶窒化ホウ素(以下CBNという)の製造法に関する。

(従来技術) 一般にCBNは六方晶窒化ホウ素(以下HBNという)からCBNの熱力学安定域である高温、高压下で製造される。

CBNはダイヤモンドに次ぐ硬さを有し、しかも化学的安定性、特に鉄系被削材に対し安定性が

ダイヤモンドより優れているため研削材としての需要が増大している。

CBNの工業的製造方法としてはHBN粉末と触媒粉末(アルカリ金属、アルカリ土類金属及びその窒化物、合金、又はホウ窒化物が知られている)を混合し1300~1800℃、40~80Kbarの高温、高压を加える方法が行なわれている。

ところで研削材としてのCBN粒子は緻密で透明正が良く鋭い切刃を有し圧壊強度の高い良質なものであることが望ましい。しかし従来の方法では必ずしも充分な品質のものが得られていないのが実情である。特願昭58-73359にはHBNに対しSiとして0.01~1.0重量%添加することで上記目的を満足するCBN砥粒が得られることが記載されているがHBNとの混合が機械的混合であるため完全に均一に混合されずSiの効果を出すために過剰のSi分を添加しなくてはならず、収率の低下をもたらす結果となっている。

(発明の目的) 本発明は上記の事情に鑑み、粒子の角が鋭い切刃となっており、結晶の(111)面

が発達した強靱なCBNを提供することを目的とする。

(発明の構成) 本発明の要旨はHBNからCBNを合成する方法において、 $\text{LiMBN}_2$  (Mはアルカリ土類金属) と $\text{Li}_8\text{SiN}_4$  を触媒として用いることにある。Siが触媒物質中に含有されているため、CBN合成時にSiが均一に作用し、CBN粒子の角が鋭い切刃をもち、かつ強靱なCBNを得ることができる。 $\text{Li}_8\text{SiN}_4$  はBNの溶解度は小さいが触媒作用があるので過剰に入れてもCBNの成長が抑制されることが少ない。

以下本発明を詳しく説明する。

本発明で用いる触媒は $\text{LiMBN}_2$ と $\text{Li}_8\text{SiN}_4$ である。Mはアルカリ土類金属で好ましくはCa, Ba, Srである。これらの触媒は粉末にしてHBN粉末に所定量混合する。

$\text{LiMBN}_2$ の製法は $\text{Li}_3\text{N}$ ,  $\text{M}_3\text{N}_2$ , BNを用い、これらをモル比で前記の順に1~1.4 : 1~1.4 : 3の割合で混合し、加熱溶解して反応させる。溶解温度より約200℃高い温度が適当である。溶解温度

は前記の組成では約800~1000℃である。前記温度で約1時間保持した後冷却すれば $\text{LiMBN}_2$ が得られる。

$\text{Li}_8\text{SiN}_4$ の製法は $\text{Li}_3\text{N}$ と $\text{Si}_3\text{N}_4$ を用い、これらをモル比で $\text{Li}_3\text{N} : \text{Si}_3\text{N}_4 = 8 \sim 10 : 1$ の割合に混合し、700℃約1時間保持した後冷却する。

上記2種の触媒は不活性ガス雰囲気下で150メッシュ以下に粉碎して用いる。

触媒の使用量はHBN 100重量部に対し、 $\text{LiMBN}_2$  5~50重量部、望ましくは10~30重量部である。5重量部未満ではCBNの収率が低下し、50重量部を越えるとCBNの自形の出た透明感のある結晶が得られない。

また $\text{Li}_8\text{SiN}_4$ はHBN 100重量部に対し、0.01~5重量部、望ましくは0.05~2重量部である。0.01重量部未満ではCBNに鋭い切刃を形成させる効果が少なく、5重量部を越えるとCBNの収率が低下する。

CBN合成に際して、原料HBN及び上記触媒の構成方法としては、これら3者を所定量均一に

混合し、圧粉成形する方法、 $\text{Li}_8\text{SiN}_4$ をHBN又は $\text{LiMBN}_2$ に混合し夫々圧粉成形して磚板となし、所定の比率になるように積層する方法などが採用される。

本発明においては触媒ははじめ $\text{LiMBN}_2$ 、 $\text{Li}_8\text{SiN}_4$ を合成しておくことが重要である。これらの構成成分を用いてCBNを合成すれば、その昇温過程で上記と同じ触媒化合物が生成することは考えられるが、その方法では $\text{Li}_3\text{N}$ または $\text{M}_3\text{N}_2$ を触媒とするのと同じCBNとなり、自形性のよい透明感のあるCBNとはならない。

これらの成形体或いは積層体は周知の高温、高压装置に装填され、所定の条件に保持されてCBNが合成される。合成はCBNの熱力学的安定域である1300℃~1600℃、40~60Kbarの条件で行なわれる。

(効果) 本発明の方法によれば成長するCBN粒子内に微量のSiが取り込まれ、それが特定面に現れるので結晶の(111)面が発達して粒子の角が鋭くなり、またSiとCBNが固溶体となって格子定

数が大きくなり、CBN粒子が強靱となる。このため、本発明の砥粒を使用すれば研削比の向上、使用電力の削減をもたらす。

さらに本発明においては触媒物質にSiが含まれているため、CBN合成時にSiが均一に作用し、Si又は触媒でないSi化合物を混合する場合に比べSi量が少なくすみ、CBNの収率の低下が防げる。

次に実施例、比較例を示し、本発明の作用効果を明確にする。

#### 実施例

325メッシュ以下のHBN、 $\text{LiCaBN}_2$ 、 $\text{Li}_8\text{SiN}_4$ を重量比で100 : 15 : 1の割合で混合し、成形圧1.5t/cm<sup>2</sup>で28mmφ×32mmhの内柱状に成形した。成形体の密度は1.70g/cm<sup>3</sup>であった。これを高温高压反応器に装填し圧力50Kbar、温度1450℃の条件で10分保持しCBNを合成した。その結果CBNのHBNに対する変換率は32%であった。この粒子を顕微鏡で観察した結果、鋭い切刃を有していることが判明した。

## 比較例

$\text{Li}_3\text{SiN}_4$  を使用しない以外は実施例と同じにして CBN を合成した。変換率は32%で変わらなかったが、粒子の切刃の点では実施例のものより劣っていた。

上記実施例、比較例の CBN 粒子をそれぞれ J I S、B 4130の方法で分級し、120/140 の CBN 粒子を得た。次いでそれぞれの粒子によって砥石を作成して研削比および使用動力を比較した。

砥石の作成方法は、先ず CBN の120/140 粒度の粒子を  $\text{Ni}/(\text{Ni} + \text{CBN})$  が60%となるように Ni メッキを施し、この Ni メッキした CBN 粒子35部、フェノール樹脂25部、微粉炭化けい素40部を混合、成形し、熱硬化させ砥石とした。

これらの砥石を用いて研削試験を行なった。研削試験に使用した鋼種は、特殊鋼 SKH-57 (HRC64) を使い、砥石周速度1500m/min、切込み20μm、テーブル送り15mm/分、クロス送り2mm/パスで湿式平面研削により、研削比=研削量/砥石

の摩耗量、及びその場合の使用動力Wを比較した  
その結果

砥石	研削比	使用動力(W)
実施例	285	790
比較例	225	880

これより本発明の方法によって合成した CBN 粒子によって作成した砥石の研削性能が優れていることがわかる。

代理人 菊地 精一

PAT-NO: JP361017405A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61017405 A  
TITLE: PRODUCTION OF CUBIC BORON NITRIDE  
PUBN-DATE: January 25, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

MAKI, MASAKAZU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

SHOWA DENKO KK

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP59135284

APPL-DATE: July 2, 1984

INT-CL (IPC): C01B021/064, B01J027/24

US-CL-CURRENT:

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a tough particle of cubic boron nitride having sharp edges from hexagonal boron nitride under high temperature and pressure, by using a catalyst containing  $\text{LiMBN}_2$  (M is alkaline earth metal) and  $\text{Li}_8\text{SiN}_4$ .

CONSTITUTION: Cubic boron nitride is produced from hexagonal boron nitride under high temperature and pressure using a catalyst containing 5~50pts.wt. (based on 100pts.wt. of the hexagonal boron nitride) of  $\text{LiMBN}_2$  (M is alkaline earth metal) and 0.05~5pts.wt. of  $\text{Li}_8\text{SiN}_4$ . A trace of Si is included in the growing cubic boron nitride, and is emerged to a

specific plane. Accordingly, the (111) plane of the crystal is developed to effect the sharpening of the crystal particle. Furthermore, since the Si and cubic boron nitride form a solid solution to enlarge the lattice constant, a tough particle of cubic boron nitride can be prepared. The grinding ratio can be improved and the electric power can be saved by using made of the obtained boron nitride.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio